

特開平5-69511

(43) 公開日 平成 5 年 (1993) 3 月 23 日

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 3 2 B 25/08		9155-4F		
27/00	1 0 1	7717-4F		

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全 7 頁)

(21) 出願番号	特願平3-262969	(71) 出願人	000002060 信越化学工業株式会社 東京都千代田区大手町二丁目 6 番 1 号
(22) 出願日	平成 3 年 (1991) 9 月 13 日	(72) 発明者	原 寛保 群馬県碓氷郡松井田大字人見 1 番地 10 信越化学工業株式会社シリコン電子材料 技術研究所内
		(72) 発明者	池野 正行 群馬県碓氷郡松井田大字人見 1 番地 10 信越化学工業株式会社シリコン電子材料 技術研究所内
		(74) 代理人	弁理士 岩見谷 周志

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シリコン複合体の製造方法

(57) 【要約】

【構成】 シリコンゲルからなる基相とその表面に形成されたシリコンエラストマーまたはシリコンレジンからなる表面層とからなるシリコン複合体の製造方法であって、硬化してゲル状の硬化物になる硬化性シリコン組成物(A) からなる相を設ける工程、該相の表面に、前記組成物(A) より比重が小さい、硬化してエラストマー状もしくはレジン状の硬化物になる硬化性シリコン組成物(B) からなる層を設ける工程、および、前記組成物(A) の相および組成物(B) の表面層を同時に硬化させる工程を有してなる製造方法。

【効果】 高い硬度、高い強度、高い耐溶剤性等を有し、硬度と厚さの調節が容易な表面層、および低い硬度、低い強度、高い耐溶剤性、粘着性等を有する基相からなるシリコン複合体を 1 回の硬化処理で製造することができる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 シリコーンゲルからなる基相とその表面に形成されるシリコーンエラストマーまたはシリコーンレジンからなる表面層とからなるシリコーン複合体の製造方法であって、

(a) 1分子中に含有されるケイ素原子に結合した全有機基のうち平均0.025モル%以上がアルケニル基であり、かつ25℃における粘度が10～100,000 cPの範囲にある、1分子中にケイ素原子に結合したアルケニル基を平均0.1～2個有するオルガノポリシロキサン、

(b) ケイ素原子に結合した水素原子を1分子中に1～50個有するオルガノハイドロジェンポリシロキサンであって、該水素原子の数が前記オルガノポリシロキサン(a)中のケイ素原子に結合したアルケニル基1個当たり0.3～2.0個になるように配合されるもの、および

(c) 付加反応性基、

を含有する、硬化してシリコーンゲルを生成する硬化性シリコーン組成物(A)からなる相を設ける工程、

次に、前記組成物(A)の相の上に、

(d) 1分子中に含有されるケイ素原子に結合した全有機基のうち平均0.05モル%以上がアルケニル基であり、かつ25℃における粘度が10～100,000 cPの範囲にある、1分子中にケイ素原子に結合したアルケニル基を2個以上有するオルガノポリシロキサン、

(e) ケイ素原子に結合した水素原子を1分子中に5～10個有するオルガノハイドロジェンポリシロキサンであって、該水素原子の数が前記オルガノポリシロキサン(a)中のケイ素原子に結合したアルケニル基1個当たり0.3～2.0個になるように配合されるもの、および

(f) 付加反応性基を含有してなり、前記組成物(A)よりも比重が小さく、硬化してエラストマー状もしくはレジン状の硬化物になる硬化性シリコーン組成物(B)からなる層を設ける工程、および、

前記組成物(A)からなる相および組成物(B)からなる層を同時に硬化に供する工程を有してなる製造方法。

【請求項2】 請求項1記載の方法であって、前記組成物(A)が、前記組成物(B)よりも比重が大きくなるような充填剤を含有するものである方法。

【請求項3】 請求項1または2記載の方法であって、前記組成物(B)が前記組成物(A)よりも比重が小さくなるような充填剤および/または有機溶剤をさらに含有するものである方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、シリコーンゲルからなる基相と、該相の上に形成されたエラストマーまたはレジンからなる表面層とからなるシリコーン複合体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 シリコーンのゲル状硬化物は、所謂シリ

コーンゲルと称され、電気絶縁性、電気特性の安定性、柔軟性等の優れた特性を有するため、電気、電子部品のポッティング、封止用として、特にパワートランジスタ、I-C、コンデンサー等の制御用回路素子を被覆し、熱的および機械的障害から保護するための被覆材料として使用されている。

【0003】 しかし、シリコーンゲルの表面は粘着性が強いので、ゴミやホコリが付着しやすく、また、シリコーンゲル上に成形物を重ね置きできない等の作業上の問題点がある。さらに、機械的強度が不十分であるため付着したゴミ等を除去する際に、シリコーンゲルが欠損したりする問題がある。上述したような欠点を解消する方法として、以下に述べるように、シリコーンゲル表面に表面保護層を設ける方法がある。

【0004】 (1) シリコーンゲルの表面に、他の有機系高硬度樹脂の保護層を設ける方法。

【0005】 (2) 特公平1-25704号公報に記載されているように、シリコーンゲルの表面にオルガノハイドロジェンポリシロキサン等を付与し、ゲル表面に拡散させた後、加熱硬化させ、表面にエラストマー状もしくはレジン状のシリコーン層を設ける方法。

【0006】 (3) 特開昭61-277414号公報に記載されているように、未硬化状態のシリコーンゲル組成物の表面にオルガノハイドロジェンポリシロキサンを付与し、拡散しないうちに加熱して内側のシリコーンゲル組成物とオルガノハイドロジェンポリシロキサンが取り込まれた表面層を同時硬化させて、シリコーンゲル組成物の表面にシリコーンエラストマー層を設ける方法。

【0007】 (4) 硬化したシリコーンゲルの表面に、硬化によりシリコーンエラストマー層もしくはシリコーンレジン層になる組成物を付与し、それを硬化させて表面層を設ける方法等が知られている。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら前記(1)の方法では、層間接着力が不十分のため層間剝離が発生しやすい。(2)の方法では、シリコーンゲル表面上にオルガノハイドロジェンポリシロキサンが未硬化のまま残存することのないように、シリコーンゲル中の残存官能基と反応する官能基を持ったオルガノハイドロジェンポリシロキサンの種類、量を選択しなければならない。あるいは硬化後洗浄または拭拭する必要がある。(3)の方法では、加熱を行う際にはシリコーンゲル組成物は未硬化状態であるため、該組成物の表面に付与されたオルガノハイドロジェンポリシロキサンが対流によってシリコーンゲル組成物中に巻き込まれる。その結果、表面層が不均一に硬化し、良好な保護層が得られない上に、表面保護層の厚さおよび硬度の制御が困難である。(4)の方法では、シリコーンゲル組成物を硬化した後にシリコーンエラストマー層もしくはシリコーンレジン層になる組成物を硬化するため、工程が煩雑になり、時間的にも不利

3

である。

【0009】そこで本発明の課題は、シリコーンゲルからなる基相と、該基相と良好な密着性を有し信頼性の高いシリコーンエラストマーまたはシリコーンレジンでできた表面保護層からなるシリコーン複合体を簡単な工程で容易に製造することができる製造方法を提供することである。

【0010】

【課題を解決するための手段】すなわち、本発明は、シリコーンゲルからなる基相とその表面に形成されたシリコーンエラストマーまたはシリコーンレジンからなる表面層とからなるシリコーン複合体の製造方法であって、

【0011】(a) 1分子中に含有されるケイ素原子に結合した全有機基のうち平均 0.025モル%以上がアルケニル基であり、かつ25℃における粘度が10~100,000 cPの範囲にある、1分子中にケイ素原子に結合したアルケニル基を平均 0.1~2個有するオルガノポリシロキサン、

【0012】(b) ケイ素原子に結合した水素原子を1分子中に1~50個有するオルガノハイドロジェンポリシロキサンであって、該水素原子の数が前記オルガノポリシロキサン(a)中のケイ素原子に結合したアルケニル基1個当たり 0.3~2.0 個になるように配合されるもの、および

【0013】(c) 付加反応触媒、を含有する、硬化してシリコーンゲルを生成する硬化性シリコーン組成物(A)からなる相を設ける工程、次に、前記組成物(A)の相の上に、

【0014】(d) 1分子中に含有されるケイ素原子に結合した全有機基のうち平均 0.05モル%以上がアルケニル基であり、かつ25℃における粘度が10~100,000 cPの範囲にある、1分子中にケイ素原子に結合したアルケニル基を2個以上有するオルガノポリシロキサン、

【0015】(e) ケイ素原子に結合した水素原子を1分子中に5~100 個有するオルガノハイドロジェンポリシロキサンであって、該水素原子の数が前記オルガノポリシロキサン(a)中のケイ素原子に結合したアルケニル基1個当たり 0.3~2.0 個になるように配合されるもの、および

【0016】(f) 付加反応触媒を含有してなり、前記組成物(A)よりも比重が小さく、硬化してエラストマー状もしくはレジン状の硬化物になる硬化性シリコーン組成物(B)からなる層を設ける工程、および、前記組成物(A)からなる相および組成物(B)からなる層を同時に硬化に供する工程を有してなる製造方法を提供するものである。

【0017】本発明の製造方法は、相対的に大きな比重を有するシリコーン組成物(A)からなる相の表面に、相対的に小さな比重を有するシリコーン組成物(B)からなる層を積層したものを、硬化に供するというものである。組成物(A)と組成物(B)とは比重が異なるので、積

4

層された組成物(B)の表面層が組成物(A)の基相に巻きこまれることがない。そのため、同時に硬化処理に供されると、組成物(A)の硬化基相(シリコーンゲル)とその表面に密着状態で設けられた組成物(B)の硬化表面保護層(シリコーンエラストマーまたはシリコーンレジン)とからなるシリコーン複合体が得られる。

【0018】シリコーン組成物(A)とシリコーン組成物(B)との比重の差は、0.05以上であることが好ましく、さらには 0.2~0.5 であることが好ましい。シリコーン組成物(A)とシリコーン組成物(B)とに、このような比重差を設ける方法は特に制限されない。下記に例示の方法をとることができる。

【0019】本発明の第1の態様によれば、組成物(A)に、組成物(B)よりも比重が大きくなるような充填剤が添加される。第2の態様によれば、組成物(B)に、組成物(A)よりも比重が小さくなるような充填剤および/または有機溶剤が添加される。第3の態様として、組成物(A)に比重を増す充填剤を添加し、組成物(B)に比重を減少させる充填剤や溶剤を添加することも勿論可能である。以下、順を追って説明する。

【0020】シリコーン組成物(A)

シリコーン組成物(A)は硬化することによりゲル状の硬化物、すなわち、シリコーンゲルを生成するものである。なお、本明細書において、シリコーンゲルとは、JIS K-6301に規定され、A型スプリング式硬度計で測定されたゴム硬度が0であるシリコーン硬化物を意味する。また、ゲル状とは、シリコーン硬化物がこのようなシリコーンゲルの状態にあることを意味する。かかるシリコーンゲルは、一般に、架橋度が低い3次元網目構造を有し、応力により変形して振動を吸収したり流動性を示す。これに対し、エラストマーとは、前記ゴム硬度が0より大で 100未満の範囲の硬度を有する硬化物を意味し、レジンとは、前記ゴム硬度が 100以上の硬度を有する硬化物を意味する。

【0021】(a) オルガノポリシロキサン

このオルガノポリシロキサン(a)は、1分子中に含有されるケイ素原子に結合した全有機基のうち平均 0.025モル%以上がアルケニル基であり、かつ25℃における粘度が10~100,000 cPの範囲にある、1分子中にケイ素原子に結合したアルケニル基を平均して 0.1~2 個有するものである。1分子中に含有されるケイ素原子に結合した全有機基のうちアルケニル基の割合が平均 0.025モル%より少ないと、シリコーンゲルが得られにくい。かかるアルケニル基としては、ビニル基、アリル基、イソプロペニル基、シクロヘキセニル基等が挙げられる。(a)成分の合成が容易であること、および多くの種類の触媒によって容易に反応することから、ビニル基が好ましい。

【0022】ケイ素原子に結合したアルケニル基以外の有機基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、オクチル基、デシル

5

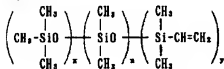
基、等のアルキル基、ベンジル基、2-フェニルエチル基等のアラルキル基、フェニル基、トリル基、ナフチル基等のアリール基、あるいはこれらの基の水素原子の一部または全部をハロゲン原子等で置換したクロメチル基、3,3,3-トリフルオロプロピル基等の、炭素原子数1~10、好ましくは炭素原子数1~8の非置換または置換の1価炭化水素基が挙げられる。合成が容易なこと、および得られるシリコーンゲルの耐熱性や物理的性質が優れたものであることから、メチル基が好ましい。

【0023】また、このオルガノポリシロキサン(25℃における粘度は、10~100,000 cP、好ましくは100~1,000cPである。粘度が10cPよりも低いと、得られるシリコーン組成物(A)が流れやすく作業性が低下するし、さらに該組成物(A)の硬化により得られる硬化物の損失正接等の物理的性質が不満足なものとなる。一方、粘度が100,000cPよりも高いと、得られる組成物の作業性が悪くなる。

【0024】シリコーン組成物(a)を硬化させて得られる硬化物がゲル状のものになるためには、(a)成分は、1分子中に含有されるケイ素原子に結合した全有機基のうち、平均0.025m%以上がアルケニル基であり、かつ、1分子中にケイ素原子に結合したアルケニル基を平均0.1~2個有するものであることが必要である。さらに、このオルガノポリシロキサン(a)の分子構造は、直鎖状でも分岐状でもよい。これらの混合物の形でよい。

【0025】以上に述べたような(a)成分のオルガノポリシロキサンとしては、例えば下記的一般式で表されるものが挙げられる。

【化1】



(ここで、 $0 \leq x \leq 1.9$ 、 $0.1 \leq y \leq 2$ の正数で、 $x+y=2$ 、 $n$ は正の整数である)

【0026】(b)オルガノハイドロジェンポリシロキサン

オルガノハイドロジェンポリシロキサン(b)は、前記(a)成分中のアルケニル基と反応してシリコーンゲルを形成するもので、そのために、ケイ素原子に結合する水素原子が1分子中に1~50個存在しなければならない。このような水素原子は、オルガノハイドロジェンポリシロキサン分子鎖の末端、あるいは途中のいずれのケイ素原子に結合していてもよい。

【0027】オルガノハイドロジェンポリシロキサン(b)のケイ素原子に結合した水素原子以外の1価の原子もしくは基としては、前記(a)のオルガノポリシロキサンのケイ素原子に結合したアルケニル基以外の基として

6

例示されたものと同様のものを例示することができる。

(b)成分を容易に合成することができること、および得られるシリコーンゲルの耐熱性がより優れたものとなることから、メチル基が好ましい。

【0028】オルガノハイドロジェンポリシロキサン(b)は、オルガノポリシロキサン(a)と相溶性を有する必要がある。そのためにはオルガノポリシロキサン(a)中のアルケニル基以外の有機基と、異なる種類の有機基を有するケイ素原子の数が(b)成分中に少なればよく、通常オルガノハイドロジェンポリシロキサン(b)中の全ケイ素原子に対して、上記ケイ素原子が10m%以下であることが好ましい。

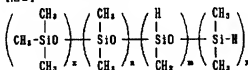
【0029】(b)成分の配合量は、(a)成分中のケイ素原子に結合するアルケニル基1個に対して(b)成分中のケイ素原子に結合する水素原子が0.3~2.0個、好ましくは0.5~1.5個となる量である。0.3個より少ない量であると、得られるシリコーンゲル中に未反応アルケニル基が残存し、硬化物の耐熱性が低下する。また、2.0個より多い量であると、得られる組成物(A)が硬化の際に発泡する恐れがある。

【0030】シリコーン組成物(A)が硬化により生成する硬化物がゲル状のものになるためには、(b)成分は、ケイ素原子に結合した水素原子を1分子中に1~50個有するものであることが必要である。粘度は特に制限されないが、(b)成分を合成するのに容易であること、および作業性がよいことから、25℃において10~1,000 cPの範囲であることが好ましい。

【0031】以上に述べたような(b)成分のオルガノハイドロジェンポリシロキサンとしては、例えば下記の一

般式で表されるものが挙げられる。

【化2】



(ここで、 $x$ 、 $y$ は $x \geq 0$ 、 $y \geq 0$ 、 $x+y=2$ の数であり、 $m$ と $n$ は $0 \leq m \leq 250$ 、 $0 \leq n \leq 50$ 、 $0 \leq m+n \leq 250$ を満たす整数である)

【0032】(c)付加反応触媒

付加反応触媒は、(a)成分中のケイ素原子に結合するアルケニル基と、(b)成分中のケイ素原子に結合する水素原子との付加反応(ヒドロシリル化反応)を促進するものとして従来知られているいかなる触媒でもよい。通常、白金族金属系触媒が用いられ、例えば塩化白金酸、アルコール変性塩化白金酸、塩化白金酸とビニルシロキサンとの錯体、塩化白金酸-2-エチルヘキサンール溶液等の白金系触媒、テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム、パラジウム錯とトリフェニルホスフィンとの混合物等のパラジウム系触媒、ロジウム触媒等が

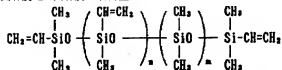
挙げられる。中でも塩化白金酸-2-エチルヘキサノール溶液が好ましい。

【0033】これらの触媒の配合量はいわゆる触媒量でよい。通常、(a)成分と(b)成分の合計量に対して、0.1~100 ppm (触媒金属元素換算)の範囲である。

#### 【0034】比重調整剤

前記第1の態様により組成物(A)の比重を組成物(B)の比重より高める場合には、比重調整剤として充填材が添加される。この充填材は比重が1.5以上が好ましく、2~7程度がより好ましい。このような充填材としては、例えばヒュームドシリカ、沈降性シリカ、粉碎石英、ケイソウ土、酸化鉄、酸化チタン、炭酸カルシウム等の無機充填剤、炭酸マンガ、カーボンブラック、アルミナ、炭化ケイ素、窒素ケイ素等が挙げられる。

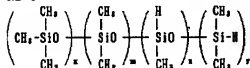
【0034】充填剤の配合量は、シリコン組成物(A)がシリコン組成物(B)に対して前述の比重差を有するように選択されるが、通常 (A)成分と (B)成分の合計量\*



(ここで、mとnは0以上の整数)

【0038】また、オルガノハイドロジェンポリシロキサン(e)としては、下記の一般式で表されるものが挙げられる。

#### 【化4】



(ここで、x, yはx≥0, y≥0, x+y=2の数であり、mとnは、0≤m, 3≤n≤100の整数である)

【0039】また、硬化性シリコン組成物(B)の組成、および該組成物(B)の使用量を変化させることによって、表面層の硬度および厚さを調節することが可能である。具体的には、(d)成分中のアルケニル基量、(e)成分中のケイ素原子結合水素原子(Si-H基)の量を増加することにより硬化物の硬度を上げることができ、また、組成物(B)の使用量を増加することで表面層の厚さを厚くすることができる。

#### 【0040】比重調整剤

前記第2の態様により組成物(B)の比重を組成物(A)の比重より低くする場合には、組成物(B)に比重調整剤として充填材および/または有機溶剤が添加される。この充填材や溶剤は比重が0.9以下が好ましく、0.5~0.8程度がより好ましい。具体的には、トルエン、キシレン、ヘキサン等のハイドロカーボン系溶剤、フロン、四塩化炭素等のハロゲン化ハイドロカーボン系溶剤等の溶

\* 100重量部当たり10~100重量部の範囲でよい。

#### 【0036】シリコン組成物(B)

組成物(B)は硬化により、シリコンエラストマーまたはシリコンレジンを生産する。組成物(B)は、硬化によりエラストマー状ないしはレジン状になる上で、(d)成分のオルガノポリシロキサンは、1分子中に含有されるケイ素原子に結合した全有機基のうち、平均0.05モル%以上がアルケニル基であり、かつ、1分子中にケイ素原子に結合したアルケニル基を2個以上有するものであることが必要であり、オルガノハイドロジェンポリシロキサン(e)は、ケイ素原子に結合した水素原子を1分子中に5~100個有するものであることが必要である。

【0037】このような条件を備えたオルガノポリシロキサン(d)としては、下記の一般式で表されるものが挙げられる。

#### 【化3】

炭、シリコン発泡体、ウレタン発泡体等の発泡体、中空シリカ粉、中空フェノール樹脂粉等が挙げられる。中でも、中空シリカ粉が特に好ましい。

【0041】充填剤や溶剤の配合量は、シリコン組成物(B)がシリコン組成物(A)に対して前述の比重差を有するように選択されるが、通常 (a)成分と (b)成分の合計量 100重量部当たり10~50重量部の範囲でよい。溶剤は、組成物(B)の比重を低下させるばかりでなく、組成物(B)の粘度も下げ、組成物(A)からなる相の上に組成物(A)を流延して均一な表面層を形成するのにも役立つ。

#### 【0042】その他の配合剤

シリコン組成物(A)およびシリコン組成物(B)には、さらに、必要に応じて、前記の成分以外にも、硬化性シリコン組成物に従来添加することが知られている添加剤を添加してよい。例えばアセチンアルコール化合物等の反応制御剤、炭酸マンガ、カーボンブラック等の難燃性付与剤、染料、顔料等の着色剤、耐熱安定剤、耐油安定剤等である。さらに、硬化して得られる硬化物の振動吸収性を向上させるために、内部に低沸点化合物を含む有機ポリマー充填剤等を必要に応じて配合してよい。ただし、これらの任意的な添加剤は、組成物(A)が組成物(B)よりも比重が相対的に小さいという関係を害しないように添加する必要がある。

#### 【0043】シリコン組成物(A)からなる相を設ける工程

シリコン組成物(A)からなる相を設けるには、目的とする所定の形状の型内もしくは支持体表面に該組成物

9

(a) を塗布する、噴霧する、注入する、射出する、押し出す、滴下する、落下させる等の方法がある。

【0044】シリコン組成物(B) からなる層を設ける

#### 工程

上記のようにして設けられたシリコン組成物(A) からなる相の表面に、シリコン組成物(B) を塗布する、噴霧する、注入する、射出する、押し出す等の方法により適用し、組成物(B) の表面層を設ける。組成物(B) の比重は組成物(A) の比重よりも大きいので、表面層が基相と互いに混じり合うことがない。

#### 【0045】硬化工程

上記の工程により、未硬化の基相に未硬化の表面層が噴霧されたものが得られるが、これらを一体として同時に硬化処理に供する。これにより、シリコンゲルからなる基相とエラストマーまたはレジンからなる表面層とからなるシリコン複合体を得ることができる。硬化の条件としては、通常の硬化条件でよく、例えば60~150℃程度の温度で、30~180分程度の加熱処理でよい。

#### 【0046】用途

本発明の方法により得られるシリコン複合体は、内部のシリコンゲル相が応力緩和相として、表面層であるシリコンエラストマーまたはレジンの層が表面保護層として効果的に機能するので、各種の電気、電子部品や半導体素子の表面の被覆剤として有用である。また、本発明のシリコン複合体は、各種のプラスチック、金属、ガラス等のいずれの基材の表面にも成形することができ。

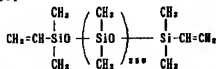
#### 【0047】

【実施例】以下の記載において粘度は25℃における値を示す。

#### 実施例1

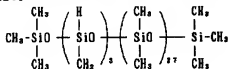
(1) 平均で下記の式：

【化5】



で表され(ビニル基含有量 0.4モル%)、粘度1000cPであるジメチルポリシロキサン 100重量部、下記の式：

【化6】



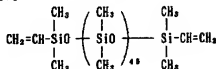
【0048】で表され、粘度28cPのオルガノハイドロジェンポリシロキサン5重量部、塩化白金酸-2-エチルヘキサノール溶液5ppm(白金換算)、および、結晶性粉砕シリカ35重量部を混合機に仕込み、均一に混合して、

10

シリコン組成物(A-1)を得た。

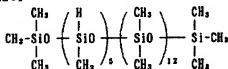
【0049】(2) 平均で下記の式：

【化7】



で表され(ビニル基含有量 2.1モル%)、粘度60cPのジメチルポリシロキサン 100重量部、平均で下記の式：

【化8】



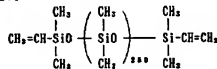
【0050】(ただし、該式は構成単位の数を経験的に表現したもので、これらの単位はランダムに配列されていてもよい)で表され、粘度10cPのオルガノハイドロジェンポリシロキサン7重量部、および、塩化白金酸-2-エチルヘキサノール溶液5ppm(白金換算)を混合機に仕込み、均一に混合して、シリコン組成物(B-1)を得た。

【0051】(3) 前記のシリコン組成物(A-1) 20gを直径5cmのアルミシャーレに注入し均一な厚さにし、次いでその表面にシリコン組成物(B-1) 2gを均一に積層した。この積層された組成物を温度60℃で2時間加熱したところ、粘着性のないエラストマー状の表面層と、耐摩性を有するゲル状の基相からなる透明なシリコン複合体が得られた。

#### 【0052】実施例2

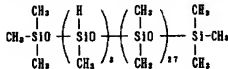
(1) 下記の構造式：

【化9】



で表され(ビニル基含有量 0.40モル%)、粘度1000cPのオルガノポリシロキサン100重量部、平均で下記の式：

【化10】



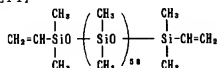
【0053】(ただし、式中の構成単位はランダムに配列されている)で表され、粘度28cPのオルガノハイドロジェンポリシロキサン5重量部、塩化白金酸-2-エチルヘキサノール溶液5ppm(白金換算)、および、結晶性

11

粉碎シリカ35重量部、を混合機に仕込み、均一に混合して、シリコン組成物(A-2)を得た。

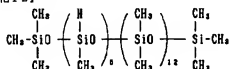
【0054】(2) 平均で下記の式：

【化11】



で表され、粘度 100cP のオルガノポリシロキサン 100重量部、下記の式：

【化12】



【0055】(ただし、式中、構成単位はランダムに配列されている) で表され、粘度10cPのオルガノハイドロ

12

ジェンポリシロキサン7重量部、および、塩化白金酸-2-エチルヘキサノール溶液5ppm(白金換算)を混合機に仕込み、均一に混合した後、得られた混合物をトルエンを用いて2倍に希釈して、シリコン組成物(B-2)を得た。

【0056】(3) 前記のシリコン組成物(A-2) 20gを直径5cmのアルミシャーレに注入し均一な厚さとし、次いでその表面にシリコン組成物(B-2) 4gを均一に積層した。この積層された組成物を温度60℃で2時間加熱したところ、粘着性のないエラストマー状の表面層と、耐寒性を有するゲル状の基相からなる透明なシリコン複合体が得られた。

【0057】

【発明の効果】本発明によれば、高い硬度、高い強度、高い耐溶剤性等を有し、硬度と厚さの調節が容易な表面層と、低い硬度、低い強度、高い耐溶剤性、粘着性等を有する基相からなるシリコン複合体を1回の硬化処理で容易に製造することができる。

フロントページの続き

(72)発明者 岡見 健英

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10  
信越化学工業株式会社シリコン電子材料  
技術研究所内